	**NORMA TÉCNICA DO EXÉRCITO BRASILEIRO** PROPELENTES A BASE DE NITROCELULOSE DETERMINAÇÃO DA ESTABILIDADE QUÍMICA POR MICROCALORIMETRIA Método de Ensaio	M-255 A

SUMÁRIO **Página**

1 OBJETIVO 1

2 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES 2

3 DEFINIÇÕES 2

4 APARELHAGEM E MATERIAL 2

5 CONDIÇÕES GERAIS 3

6 CONDIÇÕES ESPECÍFICAS 5

7 EXECUÇÃO DO ENSAIO 6

8 CÁLCULOS 6

9 INTERPRETAÇÃO DOS DADOS 7

10 RESULTADO 9

1 OBJETIVO

1.1 Esta Norma prescreve o método para avaliação da estabilidade química dos propelentes a base de nitrocelulose utilizados no Exército Brasileiro, por microcalorimetria. Também estabelece prazos para reteste e exame de valor balístico.

1.2 Os propelentes abrangidos por esta Norma são os de base simples, dupla ou tríplice.

Nota: Esta Norma abrange manuseio de produtos perigosos. É da responsabilidade do usuário desta Norma estabelecer precauções e medidas de segurança em sua aplicação.

Esta norma cancela e substitui a norma NEB/T M-255 - Propelentes a Base de Nitrocelulose - Determinação da Estabilidade Química por Microcalorimetria - Método de Ensaio.

MINISTÉRIO DA DEFESA
EXÉRCITO BRASILEIRO
DEPARTAMENTO DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA
CENTRO TECNOLÓGICO DO EXÉRCITO

Palavras-chave: Microcalorímetro, fluxo de calor, exame químico, propelente, estabilidade	**Aprovação:** BI n° 161-CTEx, de 01 SET 20. **Homologação:**

EB 80-NT-76.017 **9 pgs**

2 NORMAS E/OU DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Na aplicação desta Norma, devem ser consultados as normas e/ou documentos relacionados neste capítulo, nas edições em vigor à época dessa aplicação, devendo, entretanto, ser levado em conta que, na eventualidade de conflito entre os seus textos e o desta Norma, este tem precedência.

2.1 Normas Técnicas do Exército Brasileiro

NEB/T M-202 - Norma de Ensaio do Poder Calorífico de Pólvoras - Método de Ensaio.

2.2 Publicações diversas

T9-1903 - Manual Técnico - Armazenamento, Conservação, Transporte e Destruição e Munições, Explosivos e Artifícios.

3 DEFINIÇÕES

Para os efeitos desta Norma são adotadas as definições 3.1 e 3.2.

3.1 Massa Volumétrica Aparente (MVA)

Massa contida na unidade de volume.

3.2 Diâmetro de Segurança (DS)

Diâmetro de um recipiente cilíndrico de comprimento infinito, preenchido de propelente, para o qual não ocorre autoignição em uma determinada temperatura. Em geral, estipula-se a temperatura de 71 ºC (344 K) para o cálculo desse diâmetro, efetuado a partir do ponto de máximo da curva de geração de calor obtida no ensaio no calorímetro de fluxo de calor.

4 APARELHAGEM E MATERIAL

4.1 Aparelhagem

4.1.1 Calorímetro com resolução mínima de 10 a 500 mW/kg, com erro inferior a 2% durante o tempo total de medição.

4.1.2 Balança digital com precisão de 0,1 mg.

4.1.3 Bomba calorimétrica com precisão de ± 0,2 ml e com controle de temperatura de ± 0,5 ^{o}C.

4.2 Material

4.2.1 Vasos metálicos com volume mínimo de 2 cm^3, com dispositivo de fechamento hermético.

4.2.2 Esfera de vidro com diâmetro de 0,56 mm a 0,80 mm, tipo *Massif Loodglass* ou similar, com capacidade calorífica especifica de 0,8 J/(g.K), para uso como material inerte.

4.2.3 Material para medição de massa volumétrica aparente (MVA).

5 CONDIÇÕES GERAIS

5.1 O calorímetro deve estar calibrado conforme procedimento do fabricante. A calibração deve ser realizada uma vez a cada seis meses ou conforme recomendação do fabricante.

5.2 A amostra do propelente deve, preferencialmente, ser utilizada em sua forma original, podendo ser moída ou cortada, quando necessário.

5.3 Antes da realização do ensaio, devem ser conhecidas as seguintes informações do propelente:

a) gerais,
- fabricante;
- ano de fabricação;
- país de fabricação;
- calibre da munição;
- lote da munição;
- lote do propelente;
- local de armazenamento;
- tipo de embalagem;

b) químicas (% ou g),
- tipo de propelente (base simples, dupla ou tríplice);
- nitrocelulose;
- nitroglicerina;
- nitroguanidina;
- estabilizante (nome e %);
- plastificante (nome e %);
- sal (nome e %);
- outras substâncias (relacionar cada substância e %);
- umidade (%);

c) físicas,
- MVA (kg/m^3);
- valor calorífico – Q (J/Kg);
- condutividade térmica - λ (W/m.K);
- geometria do grão (esférico, escama, lenticular, perfurados, em perfil, agulha);
- diâmetro externo (mm);
- diâmetro do furo (mm);
- espessura do grão – “web” (mm);
- comprimento do grão (mm);
- largura do grão (mm);
- profundidade do grão (mm).

5.4 A MVA deve ser avaliada antes do ensaio.

5.5 A condutividade térmica do propelente deve ser fornecida pelo fabricante, devendo-se conferir o seu valor com os dados da Tabela 1. Caso a diferença entre o valor tabelado e o valor definido seja menor que 0,03 W/(m.K), utilizar o valor do fabricante. Nos demais casos, utilizar o valor tabelado.

TABELA 1- Munição X Condutividade Térmica

MUNIÇÃO	FORMA	MVA (Kg/m³)	CONDUTIVIDADE TÉRMICA [W/(m.K)]
22”	----	----	0,08
5,56 mm	esférica	MVA > 800	0,12
	escama	MVA < 800	0,08
7,62 mm	esférica	----	0,11
	escama	----	0,09
	lenticular	----	0,10
	perfil em T	MVA < 600	0,06
.30”	perfil em T	MVA < 500	0,05
	escama ou fita	----	0,10
	lenticular	----	0,10
9 mm	todas	----	0,10
.50”	----	MVA ≥ 1000	0,10
	----	MVA < 1000	0,11
20 mm	esférica	900 < MVA ≤ 1000	0,12
	heptaperfurado	800 < MVA ≤ 900	0,14
	outras	MVA ≤ 400	0,05
	outras	400 < MVA ≤ 700	0,07
	outras	MVA > 700	0,09
25 mm	----	MVA ≤ 400	0,05
	comprimento (L) < 2 mm	MVA < 1000	0,11
	2MM ≤ L ≤ 10 mm	MVA ≥ 1000	0,10
35 mm	calibre pequeno	400 ≤ MVA < 600	0,07
	calibre pequeno	800 ≤ MVA < 1100	0,10
	longo	MVA > 800	0,08
	foguete	MVA > 900	0,12
40 mm	foguete	MVA > 1400	0,20
	multiperfurado	-----	0,09
40 mm L 70	----	-----	0,10
60 mm	----	-----	0,08
Foguete 66 mm	----	----	0,10
Morteiro 81 mm	----	600 ≤ MVA < 950	0,06

TABELA 1- Munição X Condutividade Térmica
(Continuação)

MUNIÇÃO	FORMA	MVA (Kg/m^3)	CONDUTIVIDADE TÉRMICA [W/(m.K)]
84 mm	L < 100 mm	----	0,09
	L ≥ 100 mm	----	0,06
105 mm	heptaperfurado	----	0,10
	multiperfurado (19 furos)	----	0,12
	agulha	MVA < 750	0,05
	lenticular	----	0,08
120 mm	escama	----	0,06
	multiperfurado (7 e 19	----	0,10
	lenticular	MVA > 1000	0,10
	estrela perfurada	----	0,19
	perfil em H	----	0,10
155 mm	lenticular e L ≤ 10 mm	----	0,08
	multiperfurado (7 e 19 L ≤ 15 mm	----	0,09
	multiperfurado (7 e 19 L > 15 mm	----	0,10
	monoperfurado L > 200	MVA < 400	0,10
90 mm	----	MVA > 750	0,14
.38”	----	600 ≤ MVA < 700	0,06
8”	L > 500 mm	MVA < 400	0,10
	L ≤ 10 mm	MVA ≤ 750	0,08
	10mm < L < 100mm	MVA > 750	0,09
30 mm	----	MVA ≤ 750	0,06
	----	700 < MVA < ≤ 900	0,10
	----	MVA > 900	0,11
4.2”	----	MVA ≤ 750	0,06
	----	MVA > 750	0,08

5.6 Na inexistência de dados do propelente, utilizar valores semelhantes quanto ao tipo de base energética, estabilizante e outras propriedades, devendo-se registrar tal ocorrência, justificando-se o critério de seleção do valor de condutividade térmica adotado.

6 CONDIÇÕES ESPECÍFICAS

6.1 Os vasos da amostra e do material inerte devem ser carregados com capacidades caloríficas iguais.

6.2 Considerar a capacidade calorífica à pressão constante:

a) $C_p^{(propelente)}$ = 1,6 J/(g.K);

b) $C_p^{(esfera)}$ = 0,8 J/(g.K).

6.3 A massa de propelente a ser carregada no vaso da amostra, conforme especificações ou capacidade do aparelho, deve conter a menor quantidade possível de oxigênio sem ultrapassar o limite de 10 g.

6.4 A massa de esfera de vidro que deve ser carregada no vaso de material inerte é o dobro da massa de propelente.

6.5 A densidade de carregamento e a escolha da capacidade dos vasos da amostra e material inerte devem estar de acordo com o calorímetro.

6.6 Após o preparo dos vasos, estes devem ser fechados com parafusos e selos para garantir a hermeticidade, e em seguida terem suas massas determinadas.

6.7 Na ocorrência de vazamento de gases, evidenciado por picos endotérmicos, o ensaio deve ser interrompido, invalidado e repetido.

6.8 O valor calorífico deve ser determinado. Na inexistência de bomba calorimétrica utilizar os procedimentos estabelecidos na NEB/T M-202.

7 EXECUÇÃO DO ENSAIO

7.1 Os vasos da amostra e material inerte devem ser colocados nos compartimentos do microcalorímetro calibrado e estabilizado.

7.2 O calorímetro deve ser fechado conforme instrução do fabricante.

7.3 O ensaio é iniciado após todos os procedimentos de inserção de dados no programa do calorímetro estarem completos.

7.4 A curva de fluxo gerado por unidade de massa é obtida durante 168 h a 85 ºC. Nesta curva, determinar e registrar o valor do fluxo máximo gerado por unidade de massa (mW/kg). Registrar o tempo (Δt), em horas, transcorrido entre o primeiro pico e o valor de fluxo máximo gerado com vista à determinação dos próximos retestes.

7.5 Caso ocorra autoignição da amostra durante o ensaio, deve-se invalidar e repetir o ensaio. Ocorrendo o fenômeno da autoignição na nova amostra, o propelente é considerado instável e de uso proibido.

8 CÁLCULOS

8.1 Diâmetro de Segurança (DS)

O DS, expresso em centímetro, deve ser determinado pela fórmula abaixo:

$$DS = \left\{ -\frac{2{,}7\lambda}{2} + \sqrt{\frac{(2{,}7\lambda)^2}{4} + \frac{4R(T_a)^2\,\delta\lambda \exp\left[\frac{E_a}{R}\left(\frac{1}{T_a} - \frac{1}{T_m}\right)\right]}{\rho E_a P_{\max}}} \right\} .100(cm)$$

E_a = energia de ativação da amostra [quando não disponível, adotar 103 kJ/mol]

R = constante dos gases [8,3144 J/mol.K]

T_a = temperatura ambiente [344 K]

T_m = temperatura medida [358 K]

δ = fator para forma cilíndrica [2]

λ = condutividade térmica da amostra [W/(m.K)]

ρ = MVA [Kg/m^3]

$P_{máx}$ = pico máximo do fluxo gerado no ensaio [W/kg]

8.2 Decréscimo do poder calorífico (ΔQ_{EX})

O ΔQ_{EX}, expresso em porcentagem, é obtido pela integração da curva de fluxo por unidade de massa no intervalo de 36 h a 144 h, dividindo-se pelo valor calorífico do propelente.

$$\Delta Q_{EX} = \frac{\int_a^b P_{358}.dt}{Q}.100\%$$

a = 36 h = 129.600 s

b = 144 h = 518.400 s

Q = valor calorífico da amostra [J/kg]

P_{358} = curva da emissão de fluxo por unidade de massa durante o ensaio a 358 K

9 INTERPRETAÇÃO DOS DADOS

9.1 Fluxo admissível por unidade de massa

9.1.1 O fluxo máximo gerado por unidade de massa ($P_{máx}$) deve ser menor ou igual aos valores apresentados na Tabela 2 de acordo com o tipo de propelente analisado.

TABELA 2 – Fluxo Máximo Admissível por Unidade de Massa

TIPO PROPELENTE	FLUXO MÁXIMO ADMISSÍVEL POR UNIDADE DE MASSA (mW/kg)
bases simples e dupla	$\leqslant$ 201
base tríplice	$\leqslant$ 150

9.1.2 No caso de $P_{máx}$ exceder aos valores da Tabela 2 ou na ocorrência de autoignição na nova amostra, interromper o ensaio e classificar o propelente como emprego proibido e declarado imprestável para fins militares (Ref. 10).

9.2 Prazo de reteste

9.2.1 A Tabela 3 estabelece o prazo para o reteste do propelente em função do valor do DS e tempo de fabricação.

TABELA 3 – Prazo para Segundo Teste do Propelente

TEMPO DE FABRICAÇÃO T_f (ANOS)	PRAZO PARA 2° TESTE (ANOS)				
	DS < 10	$10 \leqslant$ DS< 20	$20 \leqslant$ DS< 40	$40 \leqslant$ DS< 60	DS $\geqslant$ 60
$T_f \leqslant 20$	Destruir	2	4	6	8
$20 \leqslant T_f < 40$	Destruir	1	3	5	8
$T_f \geqslant 40$	Destruir	1	2	3	5 (A)

(A) Para propelente de base dupla este valor é igual a 4 anos.

9.2.2 Após o 2° teste, sempre utilizando os valores de deslocamento entre os picos de geração de fluxo por unidade de massa (Ref. 7.4), ocorrido entre o teste anterior e este em execução, determinar o prazo para o próximo teste com os dados da Tabela 4.

TABELA 4 – Prazo para Testes Sucessivos do Propelente

Δt (HORAS)	PRAZO PARA TESTES SUCESSIVOS (ANOS)			
	DS > 60	60 ≥ DS > 40	40 ≥ DS > 20	DS ≤ 20
$0 < \Delta t \leqslant 24$	8	8	6	3
$24 < \Delta t \leq 36$	8	6	4	2
$36 < \Delta t \leq 48$	6	4	3	1
$48 < \Delta t \leq 72$	4	3	2	Destruir
$72 < \Delta t \leq 96$	2	2	Destruir	Destruir
$\Delta t > 96$	1	1	Destruir	Destruir

9.2.3 Para propelentes com idade superior a 40 anos diminuir em 2 anos os valores da Tabela 4.

9.2.4 Para propelentes com idade entre 20 e 40 anos diminuir em 1 ano os valores da Tabela 4.

9.2.5 Considerando o local de armazenamento do propelente, os prazos estabelecidos nas Tabelas 3 e 4 devem ser corrigidos pela multiplicação do fator correspondente na Tabela 5.

TABELA 5 – Correção do Prazo para Reteste

Local (B)	Fator de Correção (A)
Paracambi – RJ	0,55
Porto Alegre – RS	1,17
Juiz de Fora – MG	1,30
Curitiba – PR	0,96
Salvador – BA	0,84
Recife – PE	0,83
Belém – PA	0,32
Campo Grande – MS	1,08
Fortaleza – CE	0,68
Brasília – DF	1,14
Manaus – AM	0,65
São Paulo – SP	1,01

(A) - Este fator deve ser atualizado, em função do levantamento de dados correlatos.

(B) - Em caso de diferentes locais de armazenamento, tomar o valor mais seguro, isto é, o menor fator de correção.

9.3 Exame de Valor Balístico (EVB)

9.3.1 Quando o valor absoluto de ΔQ_{EX} for superior ao estabelecido na Tabela 6, o propelente deve ser encaminhado ao EVB. Suspender o uso do propelente até a emissão do parecer do EVB.

TABELA 6 – Valor Máximo de ΔQ_{EX}

PROPELENTE	ΔQ_{EX} (%)
base simples	3,0
base dupla	2,5
base tríplice	2,5

9.3.2 No caso de EVB com parecer satisfatório, o propelente é considerado estável dentro do prazo decorrente da aplicação da Tabela 3 e da Tabela 4. Em ambos os casos, o prazo deve ser corrigido pela multiplicação do fator correspondente na Tabela 5.

9.3.3 No caso de EVB com parecer não satisfatório, o propelente tem seu emprego proibido e é declarado imprestável para fins militares, devendo ser encaminhado à destruição ou para a recuperação, caso a sua estabilidade não esteja comprometida. No caso de lote de munição, este deve ser encaminhado para ser retrabalhado ou renovado, com vista a sua revitalização.

10 RESULTADO

O resultado do ensaio é expresso pela classificação do propelente na categoria A,B,C ou D, conforme a Tabela 7, com base no prazo de reteste obtido da Tabela 3 ou 4, corrigidos de acordo com o estabelecido na Tabela 5.

TABELA 7 – Classificação do Propelente

CATEGORIA	PRAZO DE RETESTE (ANOS)	EMPREGO
A	$t > 6$	ordinário
B	$4 \leq t \leq 6$	ordinário
C	$t < 4$	preferencial
D	$t < 1$	proibido
